

Sodium tripolifosfat (STPP) mutu teknis



© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Cara pengambilan contoh.....	2
6 Cara uji	2
7 Syarat Lulus Uji.....	16
8 Pengemasan.....	16
9 Penandaan	16
Bibliografi	17



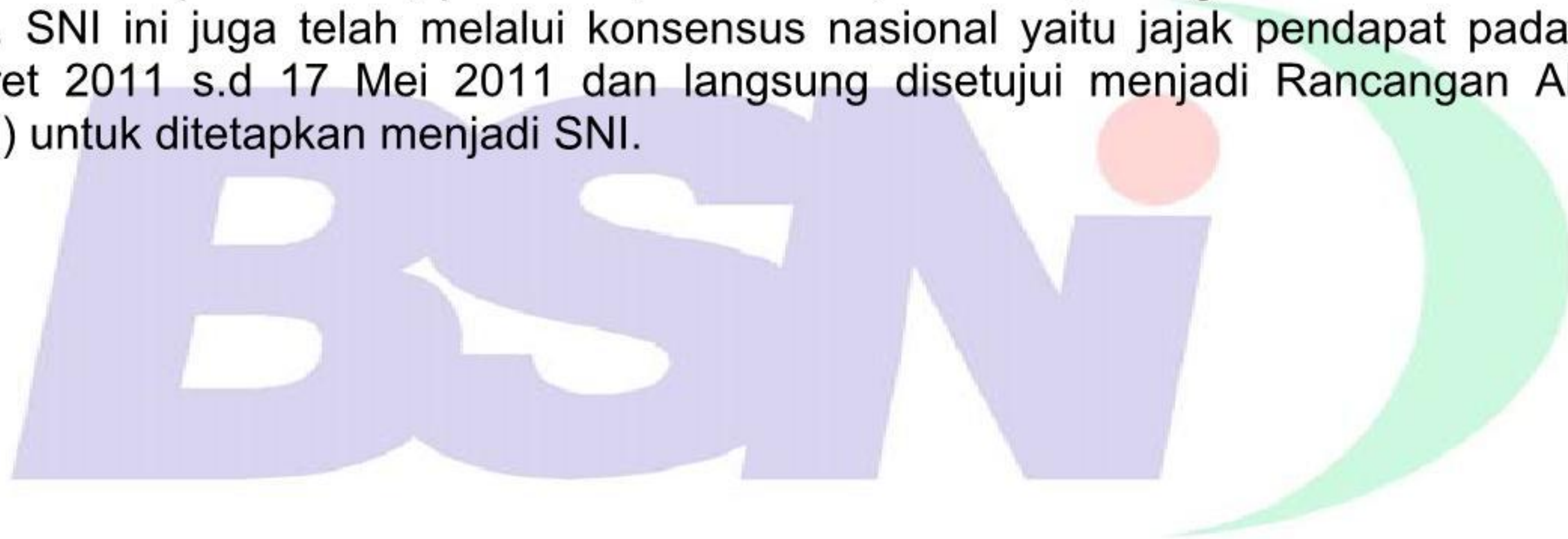
Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Sodium tripolifosfat* (STPP) merupakan revisi dari SNI 06-2109-1991, *Natrium tripoli fosfat* (STTP).

Standar ini direvisi dengan tujuan:

- Meningkatkan perlindungan kepada konsumen, pelaku usaha, tenaga kerja dan lingkungan hidup;
- Membantu kelancaran perdagangan;
- Mewujudkan persaingan usaha yang sehat dalam perdagangan;
- Untuk membantu masyarakat agar tidak keliru dalam menggunakan sodium tripolifosfat karena di pasar bebas tersedia sodium tripoliphosphate dengan mutu teknis (*technical grade*) dan mutu makanan (*food grade*).

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Panitia Teknis pada 8 Desember 2010 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, asosiasi, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 17 Maret 2011 s.d 17 Mei 2011 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.



Sodium tripolifosfat (STPP) mutu teknis

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji sodium tripolifosfat (STPP) mutu teknis yang dipakai sebagai bahan penolong pada industri deterjen, keramik, pelunak air (*water treatment*) dan lain-lain tetapi tidak termasuk STTP untuk bahan tambahan pangan.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penggunaan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya) yang berlaku.

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

3 Istilah dan definisi

3.1

Sodium tripolifosfat (STPP) mutu teknis

bahan kimia berwarna putih, berupa bubuk atau butiran dengan rumus kimia $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$.

4 Syarat mutu

Syarat mutu sodium tripolifosfat (STPP) sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Syarat mutu sodium tripolifosfat mutu teknis

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar sodium tripolifosfat $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, adbk (b/b)	%	min. 92
2	Kadar P_2O_5 total (b/b)	%	min. 56,0
3	Bagian tak larut air (b/b)	%	maks. 0,1
4	Susut pengeringan, 135 °C ,4 jam (b/b)	%	maks. 1,0
5	Kerapatan Curah / <i>bulk density</i>	kg/l	0,4 - 1,0
6	Kadar besi (Fe)	mg/kg	maks. 100
7	pH 1 %	-	9,0 - 10,2
8	Ukuran bubuk tertahan mesh : komulatif *		
	+ 20 (b/b)	%	0,5
	+ 50 (b/b)	%	4
	+ 100 (b/b)	%	15
	+ 200 (b/b)	%	50
9	Ukuran butiran tertahan mesh: komulatif *		
	+ 20 (b/b)	%	max 10
	+ 50 (b/b)	%	5 - 30
	+ 100 (b/b)	%	35 - 75
	+ 200 (b/b)	%	70 - 90
Keterangan :			
adbk		: atas dasar bobot kering	
tanda -		: tidak dipersyaratkan	
tanda *		: berlaku untuk STPP mutu teknik dan mutu makanan	

5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 Kadar sodium tripolifosfat

6.1.1 Metode kromatografi penukar ion dan spektrofotometri

6.1.1.1 Prinsip

Kadar sodium tripolifosfat dipisahkan dengan kolom kromatografi. Contoh dipompa melalui kolom yang berisi resin penukar ion sehingga terjadi pemisahan ion fosfat. Efluen yang keluar kolom dihidrolisis oleh asam sulfat menjadi ion ortofosfat. Dengan menambahkan amonium molibdat dan asam askorbat akan membentuk senyawa kompleks fosfomolibdat yang berwarna biru, kemudian dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 660 nm.

6.1.1.2 Peralatan

- Alat *Continous Flow Analyser (Skalar)*
Terdiri dari; *sampler, tubing pump, glass coil*, penangas air, penangas oli, spektrofotometer (kuvet 1 cm, panjang gelombang 660 nm) dan perekam;
- Kolom kromatografi;
- Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 g;
- Gelas beker 250 mL;
- Pengaduk magnet;
- Gelas beker 1000 mL.

6.1.1.3 Pereaksi

- Larutan induk penyangga natrium asetat 0,2 M;
Timbang 16,4 gr natrium asetat anhidrat dalam gelas beker 1000 mL, tambahkan air suling 900 mL, larutkan. Tambahkan 6 mL asam asetat glasial, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, aduk sampai larut merata.
- Larutan sodium klorida;
Timbang (20-25) g sodium klorida dalam masukkan ke gelas beker 1000 mL, tambahkan (100-110) mL larutan induk penyangga natrium asetat tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, aduk sampai larut merata
- Larutan garam dodesil sodium sulfat 0,2 %;
Timbang 4,0 g garam dodesil sodium sulfat dalam gelas beker, tambahkan air suling 2000 mL, aduk sampai larut.
- Asam sulfat 4 N;
Pada gelas beker 1000 mL masukkan air suling 790 mL, tambahkan 100 mL garam dodesil sodium sulfat dan 110 mL asam sulfat 97% pelan - pelan, aduk sampai merata.
- Amonium molibdat;
Timbang 5,7 g amonium molidat dalam gelas beker 1000 mL, tambahkan 110 mL dodesil sulfat, encerkan dengan air suling sampai tanda tera dan aduk sampai larut.
- Asam askorbat
Timbang 9 gr asam askorbat masukkan ke dalam gelas beker 500 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera dan aduk sampai larut. Larutan ini tidak stabil dan hanya bisa dipakai selama 3 hari.
- Resin penukar ion;
dowex 1 x 2, ukuran 200 – 400 *mesh*, bentuk ion klorida.

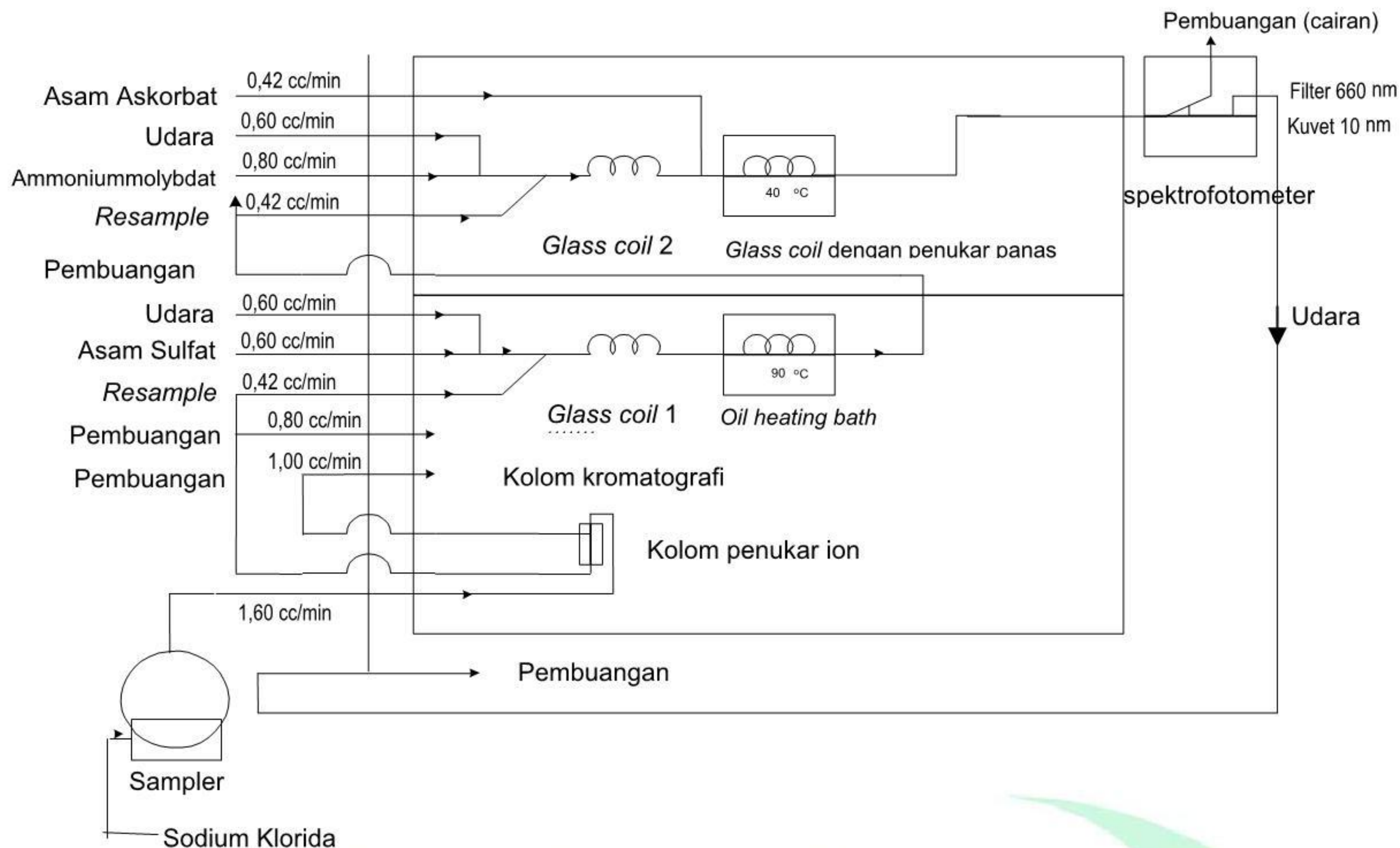
6.1.1.4 Cara kerja

6.1.1.4.1 Persiapan kolom

- Timbang (50 - 70) g resin *dowex* dalam gelas beker 250 mL; tambahkan air suling 200 mL, aduk sebentar lalu diamkan sampai terbentuk dua lapisan. Pada lapisan atas dibuang.
- Tambahkan 200 mL larutan NaCl (langkah 6.1.1.3.b), aduk dengan pengaduk magnet selama setengah jam lalu diamkan sampai terbentuk dua lapisan. Pada lapisan atas dibuang;
- Lakukan langkah (b) sebanyak dua kali;
- Pada bagian bawah kolom penukar ion diberi sedikit *glass wool* lalu masukkan resin *dowex* ke dalam kolom tersebut. Ketinggian resin yang dimasukkan ke dalam kolom adalah sampai 1 cm dibawah line overflow, lalu beri sedikit lapisan *glass wool* pada resin bagian atas; dan
- pada kolom penukar ion kondisinya harus selalu terendam larutan NaCl.

6.1.1.4.2 Penentuan kadar sodium tripolifosfat

- Timbang 1 gram contoh, larutkan dengan air suling 200 mL, lalu siapkan larutan contoh tersebut pada unit *sampler*;
- siapkan kolom kromatografi, larutan sodium klorida, asam sulfat, amonium molibdat dan asam askorbat dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
- nyalakan alat dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- injeksikan contoh ke dalam kolom penukar ion melalui unit *sampler* dimana injeksi contoh diatur 15 - 45 detik; dan
- setelah *alarm* pada unit *sampler* dimatikan maka alat ukur akan melakukan pengukuran secara otomatis melalui proses tahapan analisa sebagai berikut: (lihat DAGRAM ALIR UNIT SKALAR)
 - Larutan sodium klorida dialirkan melalui bagian atas kolom kromatografi.
 - efluen yang keluar dari bagian bawah kolom, sebagian dibuang melalui saluran pembuangan, sebagian lagi dialirkan (sebagai *resample* /cuplikan) menuju *glass coil* 1.
 - udara dan asam sulfat 4 N dialirkan menuju *glass coil* 1 sehingga terbentuk segmen cairan – udara pada *resample* (cuplikan).
 - cuplikan yang keluar *oil heating bath*, sebagian dibuang melalui saluran pembuangan (berupa segmen udara) dan segmen cairannya (sebagai *resample*) dialirkan menuju *glass coil* 2.
 - udara dan amonium molibdat dialirkan menuju *glass coil* 2 sehingga terbentuk segmen cairan – udara pada *resample* (cuplikan).
 - sebelum cuplikan menuju *glass coil* dengan penukar panas maka dialirkan asam askorbat.
 - intensitas warna biru yang terbentuk dibaca secara otomatis dan berkesinambungan pada panjang gelombang 660 nm.
 - perekam akan menghasilkan grafik secara berurutan, yaitu dimulai dengan grafik ortofosfat, pirofosfat dan polifosfat.
 - matikan perekam apabila grafik polifosfat sudah sempurna.

DIAGRAM ALIR UNIT SKALAR**6.1.1.5 Perhitungan**

$$\text{Sodium ortofosfat, \%} = \frac{A_1 \times B_1 \times F_1 \times F_p}{C}$$

$$\text{Sodium Pirofosfat, \%} = \frac{A_2 \times B_2 \times F_2 \times F_p}{C}$$

$$\text{Sodium Tripolifosfat, \%} = \frac{A_3 \times B_3 \times F_3 \times F_p}{C}$$

Keterangan:

A_1 adalah tinggi grafik ortofosfat dalam mm;

A_2 adalah tinggi grafik pirofosfat dalam mm;

A_3 adalah tinggi grafik polifosfat dalam mm;

B_1 adalah lebar grafik ortofosfat pada setengah tinggi grafik dalam mm;

B_2 adalah lebar grafik pirofosfat pada setengah tinggi grafik dalam mm;

B_3 adalah lebar grafik polifosfat pada setengah tinggi grafik dalam mm;

F_1 adalah faktor ortofosfat = 4,584;

F_2 adalah faktor pirofosfat = 4,293;

F_3 adalah faktor polifosfat = 3,959;

C adalah $(A_1 \times B_1 \times F_1) + (A_2 \times B_2 \times F_2) + (A_3 \times B_3 \times F_3)$, dalam mm^2

F_p adalah faktor pengali

Catatan:

- Faktor pengali (F_p) 100 digunakan apabila grafik ortofosfat dapat dihitung luasnya.
- Faktor pengali (F_p) 99,9 digunakan apabila grafik ortofosfat keluar kecil atau sedikit sekali, maka kadar ortofosfat diasumsikan 0,10 %.

6.1.2 Metode kromatografi penukar ion dan titrimetri

6.1.2.1 Prinsip

Penentuan kadar STPP dilakukan dengan pemisahan menggunakan kolom kromatografi. *Efluen* ion polifosfat dihidrolisa dengan HNO_3 , dengan menambah amonium molybdate dalam suasana asam maka akan terbentuk endapan amonium fosfomolibdate. Endapan ini dititrasi NaOH dengan memakai larutan penunjuk fenolftalein.

6.1.2.2 Peralatan

- Kolom kromatografi standard;
Panjang (200 – 400) mm, diameter dalam (20 – 28) mm, silinder bagian bawah dilengkapi saringan dengan lubang (40 – 100) micron. *Outlet* kolom dilengkapi kran dan disambung dengan pipa fleksibel vinyl;
- Corong pemisah 500 mL;
- Pipa kapiler dengan panjang 7,6 cm, diameter dalam 1,5 mm, dan diameter luar 7 mm.
- Timbangan analitis, dengan ketelitian 0,1 mg;
- Labu ukur 250 mL;
- Pipet Volume 10 mL; dan
- Corong porselin dengan saringan.

6.1.2.3 Pereaksi

- Larutan penyangga potasium asetat (pH 5,0);
larutkan 78,5 g potasium asetat dalam 1000 mL air, atur pH larutan 5,0 dengan asam asetat glacial. Tambahkan beberapa mg merkuri iodida untuk mencegah pertumbuhan jamur.
- Larutan potasium klorida 0,3 M;
larutkan 22,35 g potasium klorida dalam air, tambahkan 5 mL penyangga potasium asetat, encerkan dengan air sampai 1000 mL dan aduk hingga merata. Tambahkan beberapa mg merkuri iodida untuk mencegah pertumbuhan jamur.
- Larutan potasium klorida 0,6 M;
larutkan 44,7 g potasium klorida dalam air, tambahkan 5 mL penyangga potasium asetat, encerkan dengan air sampai 1000 mL dan aduk hingga merata. Tambahkan beberapa mg merkuri iodida untuk mencegah pertumbuhan jamur.
- Larutan potasium klorida 1 M;
larutkan 74,5 g potasium klorida dalam air, tambahkan 5 mL penyangga potasium asetat, encerkan dengan air sampai 1000 mL dan aduk hingga merata. Tambahkan beberapa mg merkuri iodida untuk mencegah pertumbuhan jamur.
- Larutan sodium atau potasium nitrat (1:100); dan
larutkan 5 g sodium atau potasium nitrat dalam 500 mL air.
- Larutan soda kaustik 0,1 N (NaOH 0,1 N).
larutkan 162 g sodium hidroksida dalam 150 mL air. Dinginkan larutan sampai 25 °C dan saring dengan cawan *gouch*/kertas saring, kemudian encerkan 5,45 mL larutan dengan air sampai volumenya tepat 1 L dan aduk/kocok hingga merata. Untuk mendapatkan normalitas NaOH yang sesungguhnya, maka dilakukan standarisasi larutan NaOH 0,1 N sebagai berikut:
 - masukkan ± 10 g potasium hydrogen phthalate ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) dalam cawan penguap gelas panaskan pada suhu 120 °C selama 2 jam, tutup cawan penguap, dan dinginkan dalam desikator;
 - timbang 0,90 – 1,00 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (yang sudah dikeringkan), dimasukkan dalam erlemeyer 500 mL, kemudian larutkan dengan air ± 150 mL, tambahkan 3 tetes larutan penunjuk fenolftalein, titrasi dengan larutan NaOH sampai warnanya sesuai warna standard titik akhir titrasi dan catat volume larutan NaOH; dan

- 3) buat warna standard titik akhir titrasi.
masukkan 25 mL larutan asam borat 0,2 M dalam gelas beker 250 mL, kemudian tambahkan 25 mL larutan KCl 0,2 M. Kedalam 6 mL larutan NaOH 0,2 M tambahkan 3 tetes indikator fenolftalein, encerkan dengan air sampai volumenya 100 mL dan aduk hingga merata.

$$N \text{ Kostik Soda} = \frac{A}{0,20423 \times B}$$

Keterangan:

A adalah berat $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ dalam g

B adalah kebutuhan larutan NaOH dalam mL.

N adalah normalitas larutan dalam grek/L

- g) larutan penunjuk/indikator fenolftalein 1,0 %;
larutkan 1 gram fenolftalein dalam 100 mL etanol 95 %.
- h) resin Penukar ion;
dowex 1x8, ukuran 100 - 200 mesh atau 200 - 400 mesh, bentuk ion klorida.
- i) asam nitrat 0,1N;
pipet 6,9 mL asam nitrat pekat (s.g. 1,41; kadar 65 %), masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang sebelumnya sudah berisi air 700 mL. kemudian encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok hingga merata. Standarisasi larutan asam nitrat 0,1 N, dilakukan sebagai berikut:
- 1) pipet 10 mL larutan asam nitrat, masukkan dalam erlenmeyer 250 mL dan tambahkan air ± 100 mL;
 - 2) tambahkan 3 tetes indikator fenolftalein, titrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda yang pertama.

$$N \text{ Asam Nitrat} = \frac{V \times N}{10}$$

Keterangan:

V adalah volume NaOH dalam mL

N adalah normalitas NaOH dalam grek/L

- j) ammonium molybdate 0,5 %;
larutkan 50 gram ammonium molybdate $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ dalam air hangat 900 mL kemudian dinginkan dan encerkan sampai 1 000 mL, kemudian kocok larutan hingga merata.
- k) amonium hidroksida p.a.
- l) ammonium nitrat p.a.
- m) larutan penunjuk/indikator methyl orange 0,1 %.
larutkan 0,1 g *methyl orange* dalam 100 mL air dan saring bila diperlukan.

6.1.2.4 Cara kerja**6.1.2.4.1 Persiapan kolom penukar ion**

- a) Tutup kran kolom, isi ruang antara saringan dan kran dengan air, hubungkan line *vacuum* dengan kran;
- b) siapkan campuran air dan resin *dowex (slury)* 1 : 1. Aduk lalu diamkan sebentar sampai terbentuk dua lapisan. Pada lapisan atas yang berbusa dan terdapat resin dengan ukuran butiran halus dibuang.
- c) lakukan langkah b sebanyak dua atau tiga kali atau sampai lapisan bagian atas tidak berbusa atau tidak terdapat resin dengan ukuran partikel halus.

- d) tuangkan *slury* ke dalam kolom, buka kran sehingga kondisinya *vacuum* dan segera tutup kran bila level air sedikit diatas resin (pastikan kondisi resin selalu terendam air).
- e) ulangi langkah d sampai ketinggian resin dalam kolom ± 15 cm, lalu letakkan glass wool pada bagian atas resin.
- f) tutup bagian atas kolom dengan penutup karet dimana pada bagian tengahnya diberi lubang dengan diameter ± 6 mm.
- g) masukkan pipa kapiler melalui lubang penutup karet, atur posisinya sehingga panjang pipa kapiler yang masuk ke kolom adalah 12 mm (dihitung dari bagian bawah penutup karet).
- h) sambung bagian atas pipa kapiler ke labu pemisah dengan pipa *fleksibel vinyl*, klem labu pemisah pada penyangga dimana posisinya harus diatas kolom.
- i) tutup kedua kran, masukkan 100 mL air ke dalam labu pemisah. Buka kran labu pemisah kemudian kran kolom dan ukur kecepatan alir cairan (target : 5 mL / menit); dan
- j) bila air dalam labu pemisah habis, tutup kran kolom, kemudian kran labu pemisah.

6.1.2.4.2 Penentuan kadar sodium tripolifosfat

- a) Timbang 0,500 g contoh, masukkan dalam labu ukur 250 mL, larutkan dengan air, encerkan sampai tanda tera dan kocok hingga merata;
- b) masukkan 10 mL larutan ini ke dalam labu pemisah, buka kedua krannya sehingga larutan contoh masuk ke dalam kolom dan bilas labu pemisah dengan 20 mL air. Efluen yang keluar kolom di buang;
- c) tambahkan 370 mL larutan KCl 0,3 M ke dalam labu pemisah, biarkan larutan ini melewati kolom dan buang efluennya;
- d) tambahkan 250 mL larutan KCl 0,6 M ke dalam labu pemisah, biarkan larutan masuk ke dalam kolom dan tampung efluen keluar kolom dalam beker 400 mL. (sebelum kolom digunakan untuk contoh berikutnya, pastikan bahwa kolom sudah bersih dari larutan contoh sebelumnya dengan memasukkan 100 mL larutan KCl 1 M ke dalam kolom dan dilanjutkan dengan 100 mL air);
- e) tambahkan 15 mL asam nitrat ke dalam beker, aduk dan didihkan selama 15 - 20 menit;
- f) tambahkan larutan penunjuk methyl orange, lalu netralkan dengan amonium hidroksida;
- g) tambahkan 1 g amonium nitrat, aduk sampai larut dan dinginkan;
- h) sambil dilakukan pengadukan, tambahkan 15 mL amonium molibdat. Diamkan selama 10 – 15 menit sambil sekali-sekali diaduk;
- i) saring endapan menggunakan kertas saring yang diletakkan diatas saringan datar yang sebelumnya sudah dilengkapi dengan filter aid (*infusorial earth*) pada corong porselin;
- j) cuci beker dengan 10 mL larutan sodium/potasium nitrat (1:100), kemudian tuangkan ke saringan. Ulangi langkah ini 5 kali, lanjutkan pencucian saringan dengan 5 mL larutan sodium/potasium nitrat sebanyak 5 kali;
- k) pindahkan endapan dan kertas saring nya ke dalam beker 400 mL, cuci saringan cawan porselin dengan air dan encerkan dengan air ± 150 mL.
- l) dengan menggunakan buret, tambahkan NaOH 0,1 N sampai endapan kuning melarut, kemudian tambahkan lagi 5 – 8 mL NaOH 0,1 N.
- m) tambahkan indikator fenolftalein dan titrasi kelebihan NaOH dengan asam nitrat.
- n) titrasi kembali dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda yang pertama.

6.1.2.5 Perhitungan

$$\text{Sodium Tripolifosfat, \%} = \frac{0,533 \times P \times V}{\text{mg contoh}} \times 100$$

Keterangan:

V adalah selisih volume larutan NaOH 0,1 N dan HNO₃ 0,1 N , mL

P adalah faktor pengenceran

6.2 Kadar P₂O₅ total**6.2.1 Prinsip**

Kadar P₂O₅ ditentukan secara kolorimetri. Ortofosfat yang terlarut direaksikan dengan ammonium molibdovanadat membentuk senyawa kompleks molibdo-vanadat fosfat berwarna kuning. Intensitas warna kuning yang terbentuk diukur pada panjang gelombang 400 nm atau 420 nm.

6.2.2 Peralatan

- a) Spektrospektrofotometer;
- b) Timbangan analitis;
- c) Pengaduk magnet;
- d) Labu ukur 100 mL dan 500 mL;
- e) Gelas beker 150 mL;
- f) Pipet volume 5mL;
- g) Pipet ukur 25 mL;
- h) Erlenmeyer 100 mL;
- i) Pemanas listrik;
- j) Kertas saring whatman 40; dan
- k) Corong diameter 7 cm.

6.2.3 Perekasi

- a) Asam sulfat;
tambahkan 200 mL asam sulfat (sp. gr. 1,84) kedalam 800 mL air. Aduk sampai merata dan dinginkan.
- b) Asam perklorat pekat, pa;
- c) Asam nitrat pekat, pa;
- d) Larutan pengembangan warna (amonium molibdat)
 - 1) Amonium molibdat tetrahidrat (10%) (NH₄)₆ Mo₇O₂₄. 4H₂O
Timbang teliti 40 gram amonium molibdat tetrahidrat (NH₄)₆ Mo₇O₂₄. 4H₂O dilarutkan dengan 400 mL air suling hangat, lalu dinginkan (Larutan A).
 - 2) Amonium metavanadat NH₄VO₃
Timbang teliti 2 gram amonium metavanadat (NH₄VO₃) dilarutkan dengan 250 mL air suling hangat, lalu dinginkan , kemudian tambahkan dengan 450 mL HClO₄ 70 % (Larutan B)
 - 3) campurkan kedua larutan tersebut (Larutan A dan Larutan B) dan aduk sampai homogen, lalu encerkan sampai volume 2 Liter dan simpan dalam botol berwarna. Perekasi ini tidak tahan dalam waktu lama.

- e) larutan baku;
 siapkan tujuh deret larutan baku fosfat yang mempunyai konsentrasi 0,2 – 0,8 mg P_2O_5 per mL, dengan interval 0,1 mg sebagai berikut :
- 1) Keringkan kalium hidrogen fosfat KH_2PO_4 (52,15 % P_2O_5) selama 2 jam pada 105 °C, dinginkan dalam desikator.
 - 2) timbang KH_2PO_4 dengan teliti 0,1918 ; 0,2877; 0,3835; 0,4794; 0,5753; 0,6711 dan 0,7670 g, masing-masing larutkan dengan air suling dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera dan kocok sampai merata.
 - 3) larutan dapat diawetkan dengan penambahan 2 – 3 mL HNO_3 (sebelum diimpitkan dengan air suling) untuk tiap 1 L larutan.

6.2.4 Cara kerja

- a) Timbang contoh 0,5 – 0,7 g dengan ketelitian 0,1 mg ke dalam gelas beker tinggi 150 mL, larutkan dengan 15 mL asam sulfat (20 + 80), panaskan secara perlahan-lahan selama minimum 60 menit, dinginkan , pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air suling hingga tanda tera dan kocok sampai merata. Saring melalui kertas saring whatman 40 ke dalam erlenmeyer yang kering (penyaringan tidak perlu di lakukan bila semua contoh terlarut),
- b) pipet 5 mL larutan contoh, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan 50 mL air suling, tambahkan 20 mL pereaksi amonium molibdovanadat, tambahkan air suling hingga tanda tera & kocok,
- c) siapkan deret larutan baku 1 mg; 1,5 mg; 2 mg; 2,5 mg; 3 mg; 3,5 mg; dan 4 mg P_2O_5 , pipet masing-masing 5 mL larutan deret baku langkah 6.3.3.e , masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan 50 mL air suling, tambahkan 20 mL pereaksi amonium molibdovanadat, tambahkan air suling hingga tanda tera & kocok,
- d) lakukan pengerjaan larutan blanko,
- e) biarkan pengembangan warna selama 10 menit, lalu baca intensitas warna pada Spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm atau 420 nm. Catat pembacaan serapannya,
- f) buat kurva standar,
- g) hitung kadar P_2O_5 dalam contoh.

6.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar } P_2O_5 \text{ total, \%} = \frac{C \times P}{W} \times 100$$

Keterangan:

C adalah kadar P_2O_5 dari pembacaan kurva standar dalam mg

P adalah pengenceran

W adalah berat contoh dalam mg

6.3 Bagian tak larut air

6.3.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam air panas dan bagian yang tak larut disaring, kemudian endapannya dikeringkan dan ditimbang.

6.3.2 Peralatan

- a) Neraca analitis;
- b) Oven;
- c) Cawan kaca masir (ukuran pori 4 – 5,5 mikron);
- d) Desikator;
- e) Pemanas listrik;
- f) Pompa *vacuum*; dan
- g) Gelas beker 250 mL

6.3.3 Pereaksi

Air suling atau aquades.

6.3.4 Cara kerja

- a) Masukkan 100 mL air panas ke dalam gelas beker 250 mL;
- b) timbang contoh 10,0 g, masukkan contoh sedikit demi sedikit kedalam gelas beker (sambil dilakukan pengadukan) sampai larut (m_0);
- c) siapkan cawan kaca masir dengan memanaskan dalam oven 105 °C selama 2 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang;
- d) saringlah contoh dengan pompa vacum dan menggunakan cawan kaca masir diatas, lalu cuci dengan air suling sampai bebas ion fosfat;
- e) Panaskan dalam oven 105 °C selama 2 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang (m_1).

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Bagian tak larut air, \%} = \frac{(m_1 - m_0)}{\text{gr contoh} \times 100}$$

Keterangan:

m_1 adalah berat cawan kaca masir + endapan dalam gram

m_0 adalah berat cawan kaca masir kosong dalam gram

6.4 Susut pengeringan

6.4.1 Metode pengeringan oven

6.4.1.1 Prinsip

Penetapan susut pengeringan dilakukan dengan menggunakan oven (udara panas) pada suhu 135 ± 1 °C

6.4.1.2 Peralatan

Cawan penguap porselin / kaca dengan diameter 6 sampai dengan 8 cm dan tinggi 2 cm sampai dengan 4 cm

6.4.1.3 Cara Kerja

- Timbang contoh 6 – 7 g (dengan ketelitian 0.1 mg) ke dalam cawan penguap porselin / kaca yang sebelumnya sudah dipanaskan dalam oven pada $135 \pm 1^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam,
- keringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu $135 \pm 1^{\circ}\text{C}$, dinginkan dalam desikator dan timbang.

6.4.1.4 Perhitungan

$$\text{Kadar susut pengeringan, \%} = \frac{m_0 + m - m_1}{m} \times 100$$

Keterangan :

m adalah berat contoh, gram

m₀ adalah berat cawan kosong, gram

m₁ adalah berat cawan + contoh setelah pengeringan, gram

6.4.2 Metode pengeringan halogen

6.4.2.1 Prinsip

Penetapan susut pengeringan dilakukan dengan menggunakan *Moisture Analyzer*. Alat ukur ini bekerja dengan metode *thermogravimetri*, yaitu pemanasan contoh dengan radiator halogen sampai diperoleh berat yang tetap.

6.4.2.2 Peralatan

- Moisture Analyzer*; dan
- Pan aluminium

6.4.2.3 Cara kerja

- Hidupkan alat dengan menekan tombol “ On / Off “ , tunggu sampai monitor menunjukkan angka nol;
- lakukan pengaturan program alat (untuk mendapatkan kondisi operasi yang optimal) sesuai dengan petunjuk penggunaannya. Untuk program pengeringan ditetapkan pada suhu 135°C sampai beratnya stabil.
- masukkan contoh secara merata kedalam pan aluminium sebanyak 9,5 – 10,0 gram;
- tekan “ Start “ sehingga proses pengeringan dimulai;
- tunggu dan biarkan sampai keluar kadar susut pengeringan pada monitor atau yang tercetak pada kertas print.

6.4.2.4 Perhitungan

Kadar susut pengeringan, % = nilai yang terbaca pada monitor atau nilai yg tercetak pada kertas print.

6.5 Kerapatan curah

6.5.1 Prinsip

Kerapatan curah / *Bulk density* adalah perbandingan berat dari curahan kumpulan butiran contoh terhadap volume silinder yang digunakan

6.5.2 Peralatan

- Silinder ukur kosong yang sudah diketahui volumenya.
- Corong
- Neraca

6.5.3 Cara kerja

- Timbang silinder ukur kosong (m_0)
- masukkan contoh ke dalam silinder melalui corong sampai meluap
- kelebihan contoh yang meluap diatas silinder diratakan dengan bantuan alat datar yang tipis (plat tipis)
- timbang silinder tersebut beserta isinya (m_1)

6.5.4 Perhitungan

$$\text{Bulk density, } \frac{\text{g}}{\text{ml}} = \frac{m_1 - m_0}{v_s}$$

Keterangan:

m_0 adalah berat silinder ukur kosong dalam g
 m_1 adalah berat silinder ukur + contoh dalam g
 v_s adalah volume silinder dalam mL

6.6 Kadar besi (Fe)

6.6.1 Analisa kadar besi dengan metode Spektrofotometri

6.6.1.1 Prinsip

Fe (III) direduksi oleh hidroksilamina hidroklorida menjadi Fe (II), dengan penambahan fenantrolin berlebih serta dalam suasana larutan penyangga asetat pada pH 5, maka akan membentuk ikatan kompleks yang berwarna merah – oranye.

6.6.1.2 Peralatan

- Spektrospektrofotometer;
- Pemanas;
- Labu ukur 100 mL , 500 mL dan 1000 mL;
- Pipet ukur 10 mL;
- Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 mg;
- Erlenmeyer 2000 mL;
- Pipet volume 1,0 mL ; 2,0 mL ; 3,0 mL ; 4,0 mL ; 5,0 mL dan 50,0 mL; dan
- Labu ukur 25 mL.

6.6.1.3 Pereaksi

- Larutan Amonium Asetat – Asam Asetat;
larutkan 100 g Ammonium asetat ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dalam \pm 600 mL air, saring, tambahkan 200 mL asam asetat *glacial* dan encerkan dengan air sampai 1 liter.
- Larutan Amonium Hidroksida (1+1);
encerkan 500 mL Ammonium hidroksida (NH_4OH) dengan 500 mL air dan aduk sampai merata.
- Kertas *Congo Red*;
- Asam klorida pekat (sp. Gr. 1,19);
- Larutan *Hydroxylamine Hydrochloride* (100 g/L);
larutkan 100 g *Hydroxylamine Hydrochloride* ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) dalam \pm 600 mL air, saring dan encerkan sampai 1 L.
- Larutan 1.10 Fenantrolin / Ortofenantrolin (3 g /L);
larutkan 3 g orto-fenantrolin monohydrate dalam 500 mL air, tambahkan 1 mL HCl, aduk sampai merata, saring dan encerkan sampai 1 L.
- Larutan Induk 250 mg/L Fe ; dan
Timbang dengan tepat 1,7554 g Amonium Iron (II) sulfat hexahydrate [$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] dengan kemurnian min. 99,5 % , larutkan dalam 500 mL air yang mengandung 20 mL H_2SO_4 pekat (sp. Gr. 1.84), encerkan dengan air sampai tepat 1 L dan kocok sampai merata.
- Larutan baku 25 mg/L Fe .
pipet 50 mL larutan baku 250 mg/L Fe, masukkan dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air sampai tanda tera & kocok sampai merata.

6.6.1.4 Cara kerja

6.6.1.4.1 Pembuatan kurva standar

- Siapkan enam buah labu ukur 100 mL, dimana satu untuk larutan blanko dan lainnya untuk larutan baku;
- pada labu ukur larutan blanko, masukkan \pm 50 mL air;
pada labu ukur larutan baku, masing-masing masukkan 1,0 mL , 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, dan 5,0 mL larutan baku 25 mg/L Fe, kemudian tambahkan \pm 50 mL air.
- tambahkan pereaksi secara berurutan (seperti langkah d) dimana setiap selesai penambahan pereaksi, labu ukur supaya di kocok;
- tambahkan 15 mL larutan *Hydroxylamine Hydrochloride*, NH_4OH (1+1) sampai pH larutan menjadi 3,5 – 4,0 (gunakan kertas congo red sebagai indikator eksternal), 5 mL larutan penyangga asetat dan 15 mL larutan fenantrolin;
- encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok sampai merata;
- diamkan selama 15 menit dan baca serapan pada spektrospektrofotometer dengan panjang gelombang 510 nm dalam kuvet 1 cm;
- Buat kurva kalibrasi dengan cara menarik garis nilai serapan terhadap kandungan Fe (dalam mg) per 100 mL larutan. Kurva tersebut harus linier dengan koefisien regresi $r \geq 0,995$.

6.6.1.4.2 Penentuan kadar besi (Fe)

- Timbang contoh 1 – 6 g dengan ketelitian 0.1 mg kedalam gelas beker tinggi 250 mL, bilas dengan air \pm 10 mL dan tambahkan 10 mL HCl pekat;
- tutup dengan gelas arloji, panaskan hingga mendidih tapi jangan sampai mengering;
- angkat dari pemanas dan diamkan hingga dingin;
- pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan bilas dengan air;
- siapkan 100 mL labu ukur lainnya (sebagai blanko), masukkan \pm 50 mL air dan 1 mL HCl pekat;

- f) pada labu ukur contoh dan blanko, lakukan pengembangan warna seperti langkah 6.6.4.c – f.

6.6.1.5 Perhitungan

$$\text{Fe, } \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = \frac{A}{B \times 1\,000}$$

Keterangan:

A adalah mg Fe contoh dari kurva kalibrasi

B adalah berat contoh dalam gram

6.6.2 Analisa kadar Besi (Fe) dengan metode SSA

6.6.2.1 Prinsip

Analisis besi dengan spektrospektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 248.3 nm

6.6.2.2 Peralatan

- 1) Spektrospektrofotometer serapan atom (SSA)
- 2) Lampu katoda Fe
- 3) Pipet volume 1 mL, 3 mL, 5 mL, 7 mL, 10 mL & 25 mL
- 4) Labu ukur 50 mL dan 500 mL
- 5) Pemanas listrik
- 6) Gelas beker tinggi 150 mL
- 7) Kaca arloji

6.6.2.3 Pereaksi

- 1) Larutan induk Fe 1000 ppm
- 2) Asam nitrat pekat (HNO_3 min. 65 %)

6.6.2.4 Cara kerja

6.6.2.4.1 Persiapan contoh

- a) Timbang contoh 4 – 7 g dengan ketelitian 0,1mg kedalam gelas beker tinggi;
- b) tambahkan 15 mL asam nitrat (HNO_3) pekat;
- c) tutup dengan kaca arloji, panaskan (sampai mendidih) diatas pemanas listrik hingga contoh larut semua dan dinginkan;
- d) pindahkan kedalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling, tepatkan hingga tanda tera dan kocok sampai merata; dan
- e) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.6.2.4.2 Pembuatan larutan baku

- a) Larutan baku Fe 50 ppm;
 - 1) pipet 25 mL larutan induk timbal 1000 ppm kedalam labu 500 mL;
 - 2) tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).
 - 1) tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).
- b) Larutan baku kerja Fe: 0,0 ppm; 1,0 ppm; 3,0 ppm; 5,0 ppm ; 7,0 ppm ; dan 10,0 ppm.
 - 1) pipet sesuai kebutuhan larutan standar kerja di atas dari larutan baku Fe 50 ppm ke dalam labu ukur 50 mL;

- 2) tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

6.6.2.5 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- ukur serapan larutan baku dan contoh dengan alat SSA;
- buat kurva kalibrasi larutan baku (setiap kali melakukan pengujian) dengan menarik garis antara konsentrasi larutan baku dengan serapan yang terukur oleh alat SSA;
- hitung koefisien regresi dari kurva kalibrasi (minimal $r = 0,9975$);
- buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar;
- Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi.

6.6.2.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Fe, } \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi (ppm) Fe hasil menarik garis dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar.
 P adalah faktor pengenceran.
 W adalah bobot contoh (g).
 V adalah volume akhir labu (mL).

6.7 pH 1 %

6.7.1 Prinsip

Penetapan pH dilakukan pada contoh dengan konsentrasi 1 %.

6.7.2 Cara kerja

- Timbang 1,0 gr contoh dalam labu ukur 100 mL, tambahkan air suling sampai tanda tera;
- aduk dengan pengaduk magnet sampai larut;
- tuangkan larutan contoh ke dalam gelas beker 100 mL, diamkan larutan kesuhu ruangan ($25 \pm 2^\circ \text{C}$);
- kalibrasi pHmeter dengan menggunakan larutan buffer pH 7 dan pH 10
- celupkan elektrode pHmeter ke dalam larutan contoh dan sambil dilakukan pengadukan baca nilai pH.

6.7.3 Perhitungan

pH 1% = nilai yang terbaca pada monitor

6.8 Ukuran bubuk/butiran

6.8.1 Prinsip

Penetapan ukuran bubuk/butiran menggunakan mesin pengayak dan contoh yang tertahan pada ayakan ditimbang.

6.8.2 Peralatan

- a) Mesin pengayak;
- b) Ayakan U.S. standard No. 20 (850 mikron), No. 50 (300 mikron), No. 100 (150 mikron), dan No. 200 (75 mikron); dan
- c) Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 g.

6.8.3 Cara kerja

- a) Ayakan disusun pada mesin pengayak dengan urutan bagian paling bawah berupa pan, lalu di atasnya ayakan No. 200, 100, 50 dan 20.
- b) timbang dengan tepat 100.0 gr contoh, masukkan dalam ayakan paling atas, lalu pasang penutup ayakan;
- c) jalankan mesin pengayak selama 10 menit;
- d) timbang contoh yang tertahan pada masing-masing ayakan;
- e) lakukan analisa secara duplo; dan
- f) hasil uji ukuran bubuk/butiran adalah rata-rata dari ke dua hasil pengujian tersebut.

6.8.3 Perhitungan

Ukuran bubuk/butiran yang tertahan pada ayakan, % kumulatif:

$$\begin{aligned} &+ 20 \text{ mesh (+ 850 mikron) } = m \\ &+ 50 \text{ mesh (+ 300 mikron) } = m_1 \\ &+ 100 \text{ mesh (+ 150 mikron) } = m_2 \\ &+ 200 \text{ mesh (+ 75 mikron) } = m_3 \end{aligned}$$

Keterangan:

m adalah berat contoh yang tertahan pada ayakan No. 20

m_1 adalah berat contoh yang tertahan pada ayakan No. 20 dan 50

m_2 adalah berat contoh yang tertahan pada ayakan No. 20, 50 dan 100.

m_3 adalah berat contoh yang tertahan pada ayakan No. 20, 50, 100 dan 200.

7 Syarat Lulus Uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu pada pasal 4 standar ini

8 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kuat dan tidak terpengaruh oleh lingkungan sekitar serta aman selama transportasi dan penyimpanan.

9 Penandaan

Pada setiap kemasan dicantumkan minimal :

- a. Nama produk sesuai peruntukan
- b. Berat bersih
- c. Nama produsen
- d. Kode produksi

Bibliografi

1. SNI 2803 : 2010, *Pupuk NPK Padat* , hal 13 – hal 15.
2. ASTM, D501-03, *Standard Test Methods of Sampling and Chemical Analysis of Alkaline Detergents*.
3. ASTM, D502-89, *Standard Test Method for Particle Size of Soaps and Other Detergents*.
4. ASTM, E291-09, *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Caustic Soda and Caustic Potash (Sodium Hydroxide and Potassium Hydroxide)*.
5. *Association of Official Analytical Chemist, AOAC Methods, Edisi 18, 2005, butir 2.3.02*
6. *Food Chemical Codex, Edisi 5, 2004*
7. *Operating instruction HR83 and HR83-P Moisture Analyzers by Metler Toledo.*
8. *Analysis Phosphate Separation Methode by Skalar .*









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id